

## MANUFACTURE OF OPTICAL FIBER BASE MATERIAL

Patent Number: JP55158143  
Publication date: 1980-12-09  
Inventor(s): SUDO SHOICHI; others: 02  
Applicant(s): NIPPON TELEGR & TELEPH CORP  
Requested Patent: JP55158143  
Application Number: JP19790065016 19790528  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C03B37/00 ; C03B20/00  
EC Classification:  
Equivalents: JP1130102C, JP57028369B

### Abstract

PURPOSE: To manufacture a long-sized optical fiber base material with high mechanical strength by separating a heat source for heating glass-forming gaseous compounds to synthesize glass fine particles from a heat source for sintering the particles.

CONSTITUTION: Glass forming gaseous compounds such as SiCl<sub>4</sub> and GeCl<sub>4</sub> fed into synthesizing torch 21 are converted into glass fine particles by hydrolysis or other reaction in a flame formed with combustion gases such as O<sub>2</sub> and H<sub>2</sub> or a hot gas stream of O<sub>2</sub>, He, Ar, H<sub>2</sub>O, etc., forming glass fine particle stream 22. Stream 22 hits against starting substrate 27, and particles deposit on the substrate 27 surface. Simultaneously with the deposition they are sintered with light beams such as CO<sub>2</sub> laser beams or infrared rays emitted from sintering heat source 23 such as halogen lamp and extended with lens 24, growing porous glass body 26. Substrate 27 is pulled with rotation as body 26 is grown, and body 26 is freed of bubbles by heating to manufacture an optical fiber base material.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑯ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭55—158143

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 03 B 37/00  
20/00  
// G 02 B 5/14

識別記号

府内整理番号  
7730—4G  
7529—2H

⑭ 公開 昭和55年(1980)12月9日

発明の数 1  
審査請求 有

(全 4 頁)

⑮ 光ファイバ母材の製造方法

⑯ 特 願 昭54—65016

⑰ 出 願 昭54(1979)5月28日

⑱ 発明者 須藤昭一

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑲ 発明者 河内正夫

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

⑳ 発明者 枝広隆夫

茨城県那珂郡東海村大字白方字  
白根162番地日本電信電話公社  
茨城電気通信研究所内

㉑ 出願人 日本電信電話公社

㉒ 代理人 弁理士 中本宏

明細書

1 発明の名称 光ファイバ母材の製造方法

2 特許請求の範囲

(1) ガラス形成用気体状化合物を加熱してガラス微粒子を合成し、次にガラス微粒子を加熱、焼結して多孔質ガラス体を作製した後これを加熱脱泡する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス微粒子の合成に使用する熱源とガラス微粒子の焼結に使用する熱源とを別個の熱源として分離することを特徴とする光ファイバ母材の製造方法。

(2) ガラス微粒子の焼結に使用する熱源を調整することにより多孔質ガラス体の半径方向の焼結皮を制御し、半径方向の中心部に空洞を有する多孔質ガラス体を作製する特許請求の範囲第(1)項記載の光ファイバ母材の製造方法。

3 発明の詳細な説明

本発明は光ファイバ母材の製造方法に関する。ガラス系光ファイバを製造する方法として、高純度の石英ガラス管内にコア層又はコア層及

(1)

びクラッド層を形成するガラス形成用気体状化合物をその酸化物として堆積せしむる内付法(以下CVD法といふ)及びガラス形成用気体状化合物を加熱してガラス微粒子を出発基板上に堆積すると共に、これを焼結して多孔質ガラス体とし次に多孔質ガラス体を加熱、脱泡して透明な光ファイバ母材を作製し、この光ファイバ母材を削離剪引して光ファイバを製造するいわゆる気相軸付法(以下VAD法といふ)が知られている。そしてCVD法における石英ガラス管及びVAD法における前記光ファイバ母材はいずれも高純度であることを要するのみならず、長尺の光ファイバを形成するに足る製作を満たすことが望まれている。

ところで第1図は従来のVAD法の実施に使用される装置の概略図であり、1はガラス微粒子合成トーチ(以下「合成トーチ」といふ)で、ガラス形成用気体状化合物、例えばSiCl<sub>4</sub>,GeCl<sub>4</sub>等(以下ガラス原料といふ)及び燃焼用ガス又は高圧ガスは、合成トーチ1内のそれぞれの逆

(2)

路を通して漏出し、2で示す火炎又は高温ガス流を形成する。ガラス原料は、この火炎内又は高温ガス流内で加水分解反応又は熱酸化反応により酸化物例えは  $SiO_2$ ,  $CaO$  の微粒子になり、3の多孔質ガラス体を形成する。4は排気ガスの調整器、5は反応保護容器である。次に5の多孔質ガラス体は6の1600~1700°Cに加熱された発熱体により、加熱脱泡されて8の透明な光ファイバ母材になる。9は回転及び引上げ装置である。

以上の作製過程に示したように、従来、ガラス微粒子は、その合成に使われた熱源（火炎又は高温ガス流）と同じ熱源により焼結されて多孔質ガラス体が形成されるため、多孔質ガラス体の焼結度を自在に調整できます。このため加熱、脱泡後の透明な光ファイバ母材中に気泡が残留し易いこと及び多孔質ガラス体の強度的強度が弱く長い多孔質ガラス体が出来ないという欠点があつた。更に、ガラス原料の供給量を多くした場合、ガラス微粒子の合成に伴う吸熱( $SiO_2$ )

(3)

から  $SiO_2$ になる反応では1モル当り56 kcalの吸収熱がある。)が増加するために、火炎又は高温ガス流の温度が低下し、このため合成されたガラス微粒子が焼結されず、丸錐状の多孔質ガラス体が形成されないという欠点があつた。又これらの欠点からVAD法を光ファイバ母材としての石英ガラス管の製造に適用するという発想は未だなされなかつた。

本発明は前記現状に鑑みてなされたもので、その目的は機械的強度が大であり、かつ長尺の光ファイバ母材の製造方法を提供することである。

前記目的を達成する本発明の光ファイバ母材の製造方法はガラス形成用気体状化合物を加熱してガラス微粒子を合成し、次にガラス微粒子を加熱、焼結して多孔質ガラス体を作製した後これを加熱脱泡する光ファイバ母材の製造方法において、ガラス微粒子の合成に使用する熱源とガラス微粒子の焼結に使用する熱源とを別個の熱源として分離することを特徴とするもので

(4)

ある。

本発明によればガラス微粒子の合成に使用する熱源とガラス微粒子の焼結に使用する熱源とを別個に設けることによりガラス微粒子の合成に必要な反応条件及び多孔質ガラス体の焼結に必要な強度条件を別個に調整でき、これにより前記従来法の欠点を解決したものである。

又本発明においてはガラス微粒子合成用の熱源としてはガラス原料の酸化及び加水分解に必要な酸素炎又は加熱水蒸気を含む高温ガス流を使用し、多孔質ガラス体を形成するための焼結用熱源はこれと別種の熱源、例えは  $CO_2$  レーザ光、ヘロゲンランプ等の赤外光源からの光ビームを使用することができます。したがつて多孔質ガラス体の所定の性質例えはカサ密度に対応して焼結用熱源を選択することができる。第2図は焼結温度(°C)とカサ密度(タ/m<sup>3</sup>)との関係を示すグラフでありAは  $SiO_2$ , Bは  $SiO_2-CeO_2$ (10モル%), Cは  $SiO_2-CeO_2$ (20モル%)の組成のガラスについてのグラフを示す。例え

(5)

ば第2図の曲線Bにおいて、焼結温度500°Cでのカサ密度は約0.2タ/m<sup>3</sup>、同じく1000°Cでのカサ密度は1.0タ/m<sup>3</sup>、更に焼結温度を高くすると、1400°C程度では透明な石英のカサ密度である2.2タ/m<sup>3</sup>に裕余しくなり、1500°C以上では透明な石英ガラスになる。したがつて焼結に際して高いカサ密度を得ようすれば、その焼結温度に適する熱源を選択すれば良いことは明らかである。

前記の手段はVAD法を光ファイバ母材である石英ガラス管の製造に適用した場合に利点がある。すなわち焼結用熱源からの光ビームを直接又は集光して多孔質ガラス体の表面の中心に照射すると、該ガラス体の中心部はカサ密度が大きくなると共にその外周方向に収縮して、空洞が形成される。この中心部に空洞を有する多孔質ガラス体を1600°C程度の高炉下に加熱、脱泡して透明ガラス化すれば空洞を有する透明な光ファイバ母材(石英ガラス管)が得られる。更にこの方法で光ビームの強度又は出力を調整す

(6)

ることにより、空洞部の直径、石英ガラス管の肉厚を調整できるほか、多孔質ガラス体の段階で、 $\text{B10C}_4$ 、 $\text{O}_4$  等の脱水剤を作用して該ガラス体中の OH 基又は  $\text{H}_2\text{O}$  分子を除去すれば、非常に OH イオン含有量の小さい高純度石英ガラス管が得られる。

次に本発明を実施例について説明するが、本発明はこれによりなんら限定されるものではない。

#### 実施例 1

第 3 図は本実施例において使用した装置の概略図であり、2 1 は合成トーチ、2 2 はガラス粒子、及び火炎又は、高圧ガス流、2 3 は焼結用熱源、2 4 はレンズ、2 5 は光ビーム、2 6 は多孔質ガラス体、2 7 は出発基板である。合成トーチ 2 1 内に供給されたガラス原料( $\text{B10C}_4$ 、 $\text{GeC}_4$  等)は、 $\text{O}_2$ 、 $\text{H}_2$  等の燃焼用ガスによって形成される火炎又は  $\text{O}_2$ 、 $\text{He}$ 、 $\text{Ar}$ 、 $\text{H}_2\text{O}$  等の高圧ガス流体内において、加水分解反応等によりガラス微粒子となり、2 2 で示したガラス微粒子

(7)

流を形成する。ガラス微粒子流は、出発基板 2 7 に衝突し、ガラス微粒子が基板表面に付着堆積する、と同時に、焼結用熱源 2 3 (たとえば、 $\text{CO}_2$  レーザ光、ヘロゲンランプ光等の赤外光源)から発せられレンズ 2 4 により拡大された光ビームによつて焼結され多孔質ガラス体 2 6 が成長する。基板 2 7 は回転(5 ~ 50 rpm)しながら多孔質ガラス体の成長に合わせて引き上げられ、更に加熱、脱泡されて光ファイバ母材が製造される。なお加熱、脱泡は従来の装置と同様な装置で行なわれるので図示しない。

前記装置及び操作方法により、ただし焼結用熱源を作動させることなく、合成トーチにガラス原料( $\text{B10C}_4$ )を 3 g / 分、1000°C の高圧ガス流( $\text{O}_2$ 、 $\text{Ar}$ 、 $\text{H}_2$ )を 10 L / 分流して加水分解反応によりガラス微粒子を生成し、これを出発基板に付着、堆積させた。この場合反応に伴う吸熱のため高圧ガス温度は 700°C に低下し、出発基板上の多孔質ガラス体のかさ密度は 0.1 g / cm<sup>3</sup> 以下となり、長さ 100 m 以上

(8)

の多孔質ガラス体は形成されなかつた。

焼結用熱源として 100 W の  $\text{CO}_2$  レーザを照射して多孔質ガラス体の成長面上の温度を 1200°C まで上昇させたところ、そのかさ密度は 0.3 g / cm<sup>3</sup> まで向上し、長さ 800 m 以上の多孔質ガラス体が形成された。

以上の実験から明らかのように、更にガラス原料の供給量を増加した場合でも、焼結用熱源の光ビームの出力を増加すれば、多孔質ガラス体のかさ密度を十分大きくでき、長い多孔質ガラス体を容易に作成できる。

#### 実施例 2

第 4 図は本実施例における石英ガラス管製造の実施照像図である。図中 3 1 は合成トーチ、3 2 は高圧ガス及びガラス微粒子流、3 3 は焼結用熱源、3 4 は空洞、3 5 は多孔質ガラス体、3 6 は出発基板である。

合成トーチにガラス原料( $\text{B10C}_4$ )を 1 g / 分、1000°C の高圧ガス流を 10 L / 分流して基板上にガラス微粒子を付着、堆積させると共に

(9)

焼結用熱源として 80 W、100 W の  $\text{CO}_2$  レーザビームを多孔質ガラス体の中心部に照射して、中心部の温度を約 1400°C に上昇させると、そのかさ密度は約 2.0 g / cm<sup>3</sup> 程度となるが、体積的には小さくその成長速度は毎分 0.1 ~ 0.15 m となる。一方多孔質ガラス体の周辺部の成長速度は毎分 1 m であるため、多孔質ガラス体の中心部には 1.0 m 程度の空間が形成された。この焼結された空洞を有する多孔質ガラス体を 1600°C に加熱し、脱泡を行うと、石英ガラス管が得られた。

以上の説明から明らかのように本発明によれば、ガラス微粒子合成用熱源と焼結用熱源とを分離し、各々別の熱源を用いて多孔質ガラス体を作製するため、ガラス原料の供給量を増加して高速で多孔質ガラス体の作製を行なう場合でも該多孔質ガラス体のかさ密度を高くし、極限的強度を強くできるため、長い多孔質ガラス体を容易に作製でき、さらには透明な光ファイバ母材の作製速度(単位時間当たりの作製枚数)を向

(10)

特許昭55-158143 (4)

1 - 合成トーチ、2 - ガラス微粒子及び火炎又は高溫ガス流、3 - 多孔質ガラス体、4 - 排氣ガスの調整器、5 - 反応保護容器、6 - 発熱体、7 - 電気炉体、8 - 光ファイバ母材、9 - 回転引上げ装置

21 - 合成トーチ、22 - 高溫ガス及びガラス微粒子流、23 - 焼結用熱源、24 - レンズ系、25 - 光ビーム、26 - 多孔質ガラス体、27 - 出発基板

31 - 合成トーチ、32 - 高溫ガス及びガラス微粒子流、33 - 焼結用熱源、34 - 空洞、35 - 多孔質ガラス体、36 - 出発基板

上できる利点がある。

又本発明によれば焼結用熱源の光ビームを多孔質ガラス体の中心部に集光して照射することにより中心部に空洞を有する多孔質ガラス体を作製でき、これを透明ガラス化すれば石英ガラス管が得られるため、長手方向に均一で、長尺の高純度石英ガラス管を作製できる利点がある。又多孔質ガラス体の寸法を大きくすれば作製される石英ガラス管の寸法も大きくできるため、外径が大きく、内厚の石英管を作製できる利点があり、したがつてこのようにして得られた高純度の石英管を光ファイバ母材の作製に使用すれば、光ファイバの諸特性、特に強度と光損失を改善できる。

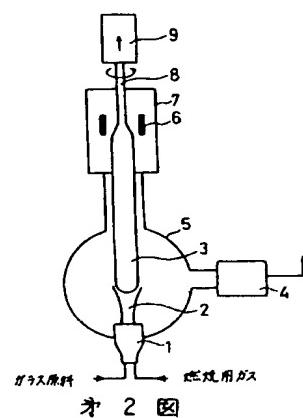
#### 4 図面の簡単な説明

第1図は従来のVAD法の実施に使用される装置の概略図、第2図は多孔質ガラス体の焼結速度とカサ密度と時間と示すグラフ、第3図は本発明の実施に当り使用する装置の概略図、第4図は本発明の一具体例の実施態様図である。

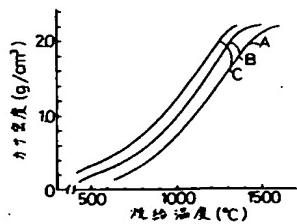
01

02

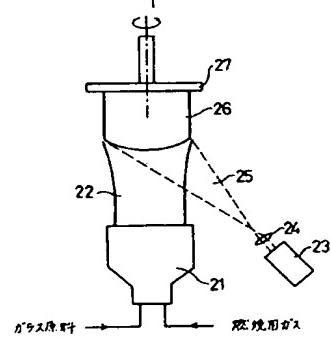
第1図



第2図



第3図



第4図

